重庆市盐业协会《风味食用盐中碘的测定》
团体标准编制说明
（征求意见稿）

一、标准编制目的

本文件规定了风味食用盐中碘的测定方法。

本文件适用于辅料总量不大于5%的风味食用盐中碘的测定。

为解决风味食用盐产品研发、生产过程质量管控、成品检测等诸多环节的碘含量快速检测的问题，提高制盐行业相关产品检测水平，提高产品质量控制力，增强产品食品安全保障，制定了本文件。

二、标准编制过程

本文件2022年9月由重庆合川盐化工业有限公司提出申请，重庆市盐业协会2022年10月25日组织专家进行立项评审，于2022年11月9日发文批准立项。标准的主要起草单位重庆合川盐化工业有限公司，重庆市食品药品检验检测研究院、中盐西南盐业有限公司、重庆市盐业协会等相关单位参与起草。为确保标准方法的科学性、适用性和可行性，起草单位成立了标准起草组，负责查阅相关标准和资料、开展试验验证、征询专家意见等工作，标准文本及编制说明于2023年1月30日通过重庆市盐业协会组织专家的技术审查。

本文件在制定风味食用盐中碘的测定时，参照GB5009.42《食品安全国家标准 食盐指标的测定》等相关标准、法律、法规和规定，尽量引用了相关国家标准。充分听取了项目立项评审专家及技术审查专家组意见，按照GB/T 27417-2017《合格评定 化学分析方法确认和验证指南》开展本标准测定方法的合格评定，起草小组经过对评定数据的整理分析，确认本文件检测方法的科学性、适用性和可行性，于2023年2月完成了标准送审稿及编制说明。

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分:标准化文件的结构和起草规则》和GB/T 20001.4—2015 《标准编写规则 第 4 部分：试验方法标准》的规定起草。

三、检测方法原理及关键控制点

本文件所述检测方法通过对风味食用盐样品进行前处理，处理过程添加氢氧化钠为碘保护助剂，对样品进行低温炭化、高温灰化，将样品中有机物转化为无机物，消除有机物对样品碘含量测定的影响，再按照GB5009.42《食品安全国家标准 食盐指标的测定》中氧化还原滴定法开展样品的滴定检测工作。

该检测方法的关键步骤：一是风味食用盐的主要成分为NaCl，为保证试验过程中不带入其它阳离子干扰检测，选取阳离子为Na^+的碱性试剂氢氧化钠作为碘的保护剂，保护碘在高温下稳定不挥发。二是采用高温将样品中有机物灰化转化为无机物，消除有机活性物对检测的干扰。三是辅料添加量较大的样品灰化处理后不溶物较多，为消除滴定终点颜色判断影响，制样过程均需进行过滤操作。四是试样中的碘离子在酸性条件下用次氯酸钠氧化成碘酸根,草酸除去过剩的次氯酸钠,碘酸根氧化碘化钾而游离出单质碘,以淀粉溶液做指示剂,用硫代硫酸钠标准溶液滴定,计算碘含量。

四、试样制备关键控制点参数确认

以实验室常用2mol/L浓度的氢氧化钠溶液对试样制备过程条件变化因素氢氧化钠添加量、灰化温度、灰化时间等开展试验。

表1 灰化关键参数试验

样品编号	氢氧化钠添加量（ml）	灰化温度（℃）	灰化时长（min）	碘理论添加量（mg/kg）	碘测定值（mg/kg）	偏差值（mg/kg）
1	0.5	400	30	30.0	34.7	+4.7
2	0.5	400	60	25.0	29.1	+4.1
3	2	450	30	20.0	23.3	+3.3
4	3	450	60	30.0	34.1	+4.1
5	0.5	500	10	30.0	25.5	-4.5
6	1	500	10	30.0	31.3	+1.3
7	2	500	30	25.0	23.9	-1.1
8	3	500	60	30.0	30.2	+0.2
9	1	600	20	30.0	31.5	+1.5
10	2	600	40	20.0	18.9	-1.1
11	3	600	50	30.0	28.7	-1.3
12	3	650	60	20.0	20.6	+0.6
13	1	700	10	30.0	27.3	-2.7

试验可见，灰化温度低于500℃即使延长灰化时间，对样品有机物的破坏仍不完全，不能完全消除其对碘值测定的影响；温度高于700℃，样品出现盐熔，造成移料困难，损耗加大、回收率偏低，检测值同样偏离正常水平。变化因素氢

氧化钠添加量在1-3ml、灰化温度500-650℃、灰化时间10-60min区间，样品碘的测定值与理论添加量偏差均在2ppm以内，在考虑样品辅料添加量、操作人员掌握的难易程度、试剂和器材损耗及实际检测过程中微小合理变化等综合因素，确定试样溶液的制备过程相关参数为，氢氧化钠添加量每10g样品2ml、灰化温度600℃、灰化时间30分钟。

五、适用范围确认过程

本文件在对方法适用范围确认时，一是考虑食品生产许可证核发时对食盐的分类，风味食用盐本质是食用盐，应符合GB 2721《食品安全国家标准 食用盐》，氯化钠含量≥97%，样品辅料添加限值应≤3%；二是标准起草组成员对市场销售的风味食用盐和调味盐开展了市场调查，目前风味食用盐产品的辅料添加量均不超过4%，添加的辅料涵盖菌菇类、蔬菜粉、香辛料、酵母粉、鲜味液等几大类，项目组通过市场收集样品结合配制样品开展本方法适用范围试验。

表2 不同辅料种类及不同添加量样品试验

样品编号	辅料种类	辅料添加量（%）	碘理论添加量（mg/kg）	碘测定值（mg/kg）	偏差值（mg/kg）
1	海藻鲜味液	0.15	30	30.7	+0.7
2	平菇粉	0.2	20	19.2	-0.8
3	荠菜粉	0.3	30	29.2	-0.8
4	大蒜提取液	0.1	20	18.7	-1.3
5	海藻鲜味液	0.3	30	29.0	-1.0
6	菇粉	0.4	40	38.4	-1.6
7	蔬菜粉	0.5	50	51.2	+1.2
8	姜粉	0.8	30	31.5	+1.5
9	酵母粉	1	20	20.9	+0.9
10	姜粉	1.5	30	28.7	-1.3
11	姜粉+三奈粉	2	30	30.6	+0.6
12	姜粉+八角粉	2.5	10	10.3	+0.3
13	花椒粉	3	20	18.6	-0.14
14	大蒜粉	4	30	30.9	+0.9
15	蔬菜粉+姜粉	4.5	40	38.7	-1.3
16	大蒜粉+姜粉	5	50	48.1	-1.9
17	姜粉+三奈粉+八角粉	6	30	31.5	+1.5
18	菇粉+大蒜粉+姜粉	7	30	34.1	+4.1

通过试验可见，样品辅料添加量在≤6%时，碘的测定值和理论添加量偏差均在2ppm以内，标准起草组考虑到检测方法的稳定性，明确本方法适用于辅料总量不大于5%的风味食用盐中碘的测定。

六、方法确认及验证情况

1.在方法确认阶段，一是在重庆合川盐化工业有限公司中心化验室用该检测方法开展不同辅料、不同添加量风味食用盐中碘的检测（检测数据见表3），二是在重庆合川盐化工业有限公司中心化验室、重庆合川盐化工业有限公司包装车间化验室、通标标准技术服务有限公司、重庆食品药品检测研究院、重庆市食品工业研究所开展同一样品不同检测机构间方法确认（检测数据见表4），通过数据分析可以看出，本文件制定测定方法，对适用范围内不同辅料品种、不同辅料添加量、不同碘含量样品的检测满足风味食用盐中碘测定的预期用途。

表3 不同样品实验室内方法确认

样品编号	辅料种类	辅料添加量（%）	碘理论添加量（mg/kg）	碘测定值（mg/kg）	偏差值（mg/kg）
1	/	0	0	0.7	+0.7
2	/	0	20	19.4	-0.6
3	大蒜提取液	0.05	30	31.2	+1.2
4	海藻鲜味液	0.1	20	18.7	-1.3
5	菇粉	0.3	30	29.0	-1.0
6	蔬菜粉	0.4	40	38.4	-1.6
7	姜粉	0.5	50	51.2	+1.2
8	酵母粉	0.8	30	31.5	+1.5
9	姜粉	1	20	20.9	+0.9
10	姜粉+三奈粉	1.5	30	28.7	-1.3
11	姜粉+八角粉	2	30	30.6	+0.6
12	花椒粉	2.5	10	10.3	+0.3
13	大蒜粉	3	20	19.6	-0.4
14	蔬菜粉+姜粉	4	30	30.4	+0.4
15	大蒜粉+姜粉	4.5	40	38.7	-1.3
16	菇粉+大蒜粉+姜粉	5	50	48.1	-1.9

表4 不同检测机构间方法确认

样品编号	辅料种类	辅料添加量（%）	碘理论添加量（mg/kg）	碘测定值（mg/kg）			最大偏差（mg/kg）
				合川中心化验室	合川包装化验室	SGS、食研院、食品所	
1	/	0	0	0.7	0.4	/	+0.7
2	/	0	20	19.4	21.3	/	+1.3
3	大蒜提取液	0.05	30	31.2	30.7	30.4	+1.2
4	海藻鲜味液	0.1	20	18.7	20.4	19.4	-1.3
5	菇粉	0.3	30	29.0	31.2	31.0	+1.2

6	蔬菜粉	0.4	40	38.4	40.1	39.6	-1.6
7	姜粉	0.5	50	51.2	49.4	50.6	+1.2
8	酵母粉	0.8	30	31.5	28.9	30.4	+1.5
9	姜粉	1	20	20.9	21.4	20.3	+1.4
10	姜粉+三奈粉	1.5	30	28.7	29.5	30.7	-1.3
11	姜粉+八角粉	2	30	30.6	28.7	28.6	-1.4
12	花椒粉	2.5	10	10.3	10.6	10	+0.6
13	大蒜粉	3	20	19.6	21.0	19	+1.0
14	蔬菜粉+姜粉	4	30	30.4	29.6	30/31	+1.0
15	大蒜粉+姜粉	4.5	40	38.7	38.9	39	-1.3
16	菇粉+大蒜粉+姜粉	5	50	48.1	49.4	51	-1.9

2.在方法验证阶段，一是在同一实验室，由同一操作者使用相同设备，在短时间内对同一被测样品开展重复性试验（试验数据见表5）。二是在不同的实验室，不同操作者使用不同的设备对样品测定的再现性试验（试验数据见表6）。三是通过重庆合川盐化工业有限公司、重庆食品药品检验检测研究院、重庆食品工业研究所、通标标准技术服务有限公司(SGS)开展本标准测定方法、GB5009.267第一法、GB5009.42等三种碘的测定方法比对验证，同时测定结果与样品中碘的理论添加量进行对照（检测及对照情况见表7）。

表5 重复性试验

样品编号	辅料添加量（%）	碘理论添加量（mg/kg）	碘测定值（mg/kg）					
1	0	0	0.4	0.6	0.4	0.7	0.4	0.6
2	0.1	25	24.8	24.1	23.4	26.1	25.4	26.6
3	0.3	30	28.7	29.2	29.4	28.9	30.8	31.2
4	1	25	25.4	25.4	26.1	24.4	26.7	25.4
5	3	30	31.2	30.6	28.9	29.6	28.5	29.0
6	5	50	48.8	48.4	50.2	49.7	49.7	51.1

*重复性试验由操作员 A 在合川盐化中心化验室 8.0 小时内完成。

表6 再现性试验

样品编号	辅料添加量（%）	碘理论添加量（mg/kg）	碘测定值（mg/kg）					
1	0.1	0	0.4	0.4	0.4	0.6	0.6	0.4
2	0.1	30	28.8	28.8	29.6	29.3	28.5	29.1

3	0.3	25	23.5	24.2	25.2	24.6	24.2	26.1
4	1	30	29.6	29.3	28.4	31.1	28.7	28.9
5	3	30	30.4	28.2	28.9	28.7	28.9	28.4
6	5	50	51.6	48.8	49.7	49.7	50.6	48.5

*再现性试验由操作员 B 在合川盐化包装化验室分 3 天完成。

表 7 比对数据及对照情况

样品编号	辅料添加量（%）	碘理论添加量（mg/kg）	检测值（mg/kg）			检测单位
			本标准方法检测值	GB5009.267 测定值	GB5009.42 测定值	
1	0	30	29.3	30.7	30.2	合川盐化、SGS 广州
2	0.05	30	28.9	31.2	43.2	合川盐化、SGS 广州
3	0.1	20	19.7	21.1	36.8	合川盐化、SGS 广州
4	0.2	30	28.3	30.5	42.6	合川盐化、SGS 广州
5	0.3	10	10	/	24.3	重庆食品工业研究所
6	0.3	20	19	/	29.7	重庆食品工业研究所
7	0.3	30	30/31	/	41.2	重庆食品工业研究所
8	0.3	40	39	/	53.2	重庆食品工业研究所
9	0.5	50	51	/	59.6	重庆食品工业研究所
10	0.5	26	25.8	25.3	38.2	合川盐化、SGS 广州
11	1	26	26.7	25.6	40.8	合川盐化、SGS 广州
12	1.5	30	29.7	29.3	43.1	合川盐化、SGS 广州
13	2	30	31.1	30.9	41.3	合川盐化、SGS 广州
14	2.5	30	28.6	28	42.7	重庆食品药品检测院
15	3	30	29.8	29.6	40.8	合川盐化、SGS 广州
16	3.5	26	25.7	26.8	38.4	合川盐化、SGS 广州
17	4	30	29.2	29	39.2	合川盐化、SGS 广州
18	5	30	29.1	28.9	39.7	合川盐化、SGS 广州
21	0.1	30	29.5	29.3	39.9	合川盐化、SGS 广州
22	0.3	26	26.5	25.6	40.1	合川盐化、SGS 广州
23	0.5	30	29.3	28.4	41.3	合川盐化、SGS 广州
24	1	30	28.8	28.1	42.7	合川盐化、SGS 广州
25	3	30	30.3	29.9	39.5	合川盐化、SGS 广州
26	5	26	25.7	27.0	38.6	合川盐化、SGS 广州

对数据分析可见，添加辅料的风味食用盐按照GB5009.42进行碘的测定，结果均存在9.2-16.8mg/kg的虚高，按照本标准测定方法与GB5009.267第一法测定

结果具有高度的一致性，与样品中碘的理论添加量偏差在2ppm以内，说明本文件测定方法的科学性及可行性。

七、本标准与现行法律、法规和标准的关系的说明

本文件与现行法律、法规和强制性标准没有冲突。是现行标准有益的补充，是风味食用盐中碘的测定技术的重大突破，对生产企业在生产过程中快速检测、指导生产、保证产品质量、保证食品安全意义重大。

八、本标准性质及其它说明

本文件属于重庆市盐业协会团体标准，供协会会员和其他社会组织、企业自愿使用。对于标准使用过程中出现的疑问，起草单位有义务进行必要的解释。

2023 年 2 月日**